

(19)

Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 796 714 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

24.09.1997 Bulletin 1997/39

(51) Int. Cl.⁶: **B29C 47/10**

(21) Numéro de dépôt: **97200783.5**

(22) Date de dépôt: **15.03.1997**

(84) Etats contractants désignés:

BE DE FR GB IT NL SE

(30) Priorité: **18.03.1996 BE 9600239**

(71) Demandeur: **SOLVAY POLYOLEFINS EUROPE -
BELGIUM (Société Anonyme)
1050 Bruxelles (BE)**

(72) Inventeurs:

- **Gauthy, Fernand
1780 Wemmel (BE)**

• **Bodart, Fernand**

1020 Bruxelles (BE)

• **Marcq, Jean-Paul**

1850 Grimbergen (BE)

• **Jacques, Alain**

5140 Sombreffe (BE)

(74) Mandataire: **Troch, Geneviève et al
Solvay Polyolefins Europe-Belgium
(Société Anonyme)**

**Département de la Propriété Industrielle
Rue de Ransbeek, 310
1120 Bruxelles (BE)**

(54) Dispositif d'injection pour extrudeuse

(57) La présente invention propose un dispositif d'injection d'un composé chimique dans une extrudeuse comprenant un corps muni d'un premier canal, un orifice de sortie aménagé à une extrémité du premier canal, un deuxième canal qui est muni d'une buse d'injection et d'une chambre de mélange située en amont de ladite buse d'injection et dans laquelle débouche ledit premier canal.

L'invention concerne également une extrudeuse munie d'un tel dispositif d'injection ainsi que des procédés de modification de matériaux polymériques et de synthèse en extrudeuse de matériaux polymériques.

EP 0 796 714 A1

Description

La présente invention a pour objet un dispositif d'injection pour extrudeuse.

Il est connu de modifier les propriétés physiques et/ou chimiques de matériaux à extruder en les mélangeant lors de l'extrusion avec au moins un composé chimique.

Cette extrusion dite "réactive" consiste à utiliser des dispositifs bien connus d'extrusion de matériaux à extruder à l'état fondu, appelés ci-après plus simplement extrudeuses, pour en modifier la composition chimique ou la structure.

Les matériaux à extruder peuvent être mélangés, par exemple, dans la trémie d'alimentation de l'extrudeuse ou dans un dispositif mélangeur situé en amont de la trémie, à un ou plusieurs composés chimiques avec lesquels les matériaux à extruder réagissent dans les conditions de température et de pression prévalant dans le corps de l'extrudeuse.

Ces techniques donnent des résultats acceptables lorsque les composés chimiques mélangés aux matériaux à extruder sont des solides. Cependant lorsque les composés sont sous forme liquide, leur incorporation dans le matériau à extruder engendre souvent des problèmes dus à la distribution hétérogène des composés dans le matériau. Ces problèmes sont de même rencontrés lorsque les composés sont pulvérisés sur le matériau à extruder, et notamment dans les cas où le mélange obtenu est collant et forme des agglomérats hétérogènes. Dans ces cas-ci, le coulage du matériau à extruder est compromis et l'alimentation de l'extrudeuse se fait par à-coups et non de manière continue. La concentration des composés chimiques introduits n'est pas uniforme dans le matériau à extruder, les propriétés recherchées ne sont pas obtenues et le fonctionnement de l'extrudeuse peut être perturbé.

Lorsque, pour des raisons de sécurité ou de protection de l'environnement, les composés chimiques doivent être incorporés au matériau à extruder sous atmosphère inerte, des problèmes supplémentaires se posent.

Dans un tel cas, les dispositifs de mélange externes, utilisés pour pulvériser les composés chimiques liquides sur le matériau à extruder, comprennent des tubulures pour l'injection de gaz inerte et doivent généralement être confinés dans une enceinte volumineuse afin d'éviter une pollution de l'environnement par des effluents gazeux résultant du contact du composé chimique avec le matériau à extruder.

Un des buts de la présente invention est de proposer un dispositif permettant d'incorporer de manière homogène un composé chimique dans un matériau à extruder.

A cet effet, on propose, selon un aspect de la présente invention, un dispositif d'injection d'un composé chimique dans une extrudeuse comprenant :

- un corps muni d'un premier canal,

- un orifice de sortie aménagé à une extrémité du premier canal,

caractérisé par un deuxième canal qui est muni d'une buse d'injection et d'une chambre de mélange située en amont de ladite buse d'injection, dans laquelle débouche ledit premier canal.

Un avantage de ce dispositif est qu'il permet d'incorporer de manière homogène un composé chimique dans un matériau à extruder. Un autre avantage de ce dispositif est qu'il permet d'introduire de faibles quantités de composé chimique dans un matériau à extruder. Le débit du composé chimique peut être maintenu constant et ce, même lorsque les débits sont particulièrement faibles.

Ce dispositif est particulièrement bien adapté pour injecter des composés chimiques gazeux, liquides ou fluidifiés.

Selon un premier mode de réalisation avantageux, le dispositif d'injection comprend :

- un corps allongé dans lequel est aménagé, parallèlement à son axe longitudinal, ledit deuxième canal,
- une buse d'injection aménagée à une extrémité dudit deuxième canal,
- un corps muni d'un premier canal en forme de tige creuse qui peut être introduit à l'intérieur dudit deuxième canal par l'extrémité opposée à ladite buse d'injection,
- un orifice de sortie à une extrémité de la tige,
- une bague de positionnement fixée à l'extrémité de la tige opposée audit orifice de sortie, permettant de positionner axialement la tige à l'intérieur du deuxième canal de façon à maintenir un espace radial entre la tige et le deuxième canal et,
- un moyen de fixation du corps allongé et de la tige.

Selon un autre mode de réalisation préféré, le dispositif d'injection peut également disposer d'un orifice aménagé de préférence latéralement dans ledit deuxième canal permettant de raccorder ledit deuxième canal à un conduit d'alimentation pour introduire un fluide dans l'espacement entre ledit deuxième canal et la tige.

Ledit deuxième canal a de préférence une section constante.

Le fluide introduit par le deuxième canal peut être un gaz porteur inerte. Ce fluide s'écoule dans l'espace aménagé entre les parois du deuxième canal et les parois externes de la tige. Les deux fluides sont intimement mélangés dans la chambre de mélange située en amont de ladite buse d'injection, avant d'être injectés dans l'extrudeuse.

La longueur de la tige est dimensionnée de façon à laisser un espace entre la buse d'injection du dispositif et l'orifice de sortie de la tige pour former une chambre de mélange.

La tige peut comprendre un dispositif de centrage, aménagé près de l'extrémité portant l'orifice de sortie,

permettant le centrage précis de la tige à l'intérieur dudit deuxième canal.

Ces moyens de centrage peuvent p.ex. comprendre une bague de centrage concentrique à la tige dont le diamètre est égal à celui du canal. La bague concentrique est de préférence solidaire avec la tige. Cette bague présente, de préférence une ou plusieurs rainures parallèles à l'axe longitudinal de la tige ou des orifices devant permettre le passage du fluide à travers ledit deuxième canal du dispositif.

Le moyen de fixation du corps allongé et de la tige peut être n'importe quel moyen permettant d'assurer le maintien de ces éléments l'un dans l'autre, de préférence de manière amovible afin de pouvoir inspecter, entretenir ou réparer le dispositif de pulvérisation ou encore en remplacer des éléments.

Le dispositif selon l'invention peut équiper tout type d'extrudeuse. Par extrudeuse, on entend désigner tout dispositif continu comprenant une zone d'alimentation et, à sa sortie, une zone d'évacuation précédée d'une zone de compression, cette dernière forçant la masse fondue à passer au travers de la zone d'évacuation.

L'extrudeuse peut comprendre notamment les parties suivantes :

- I. au moins une trémie d'alimentation à l'entrée de l'extrudeuse,
- II. un ou plusieurs éléments de vis permettant la propagation du matériau à extruder,
- III. éventuellement un ou plusieurs éléments malaxeurs permettant le mélange du matériau à extruder, les éléments de vis et les éléments malaxeurs pouvant éventuellement s'alterner,
- IV. une ou plusieurs zones d'échauffement permettant la fusion du matériau à extruder,
- V. à la sortie, une zone de compression suivie d'une zone d'évacuation, la zone de compression ayant pour fonction de compresser la matière à extruder afin de la forcer au travers de la zone d'évacuation de l'extrudeuse,

Les parties (I) à (V) ne sont pas nécessairement disposées dans cet ordre.

La zone d'évacuation de l'extrudeuse peut être suivie d'un dispositif de granulation ou d'un dispositif donnant à la matière extrudée une forme profilée tel un film.

Les extrudeuses pouvant convenir sont notamment les extrudeuses du type monovis, les extrudeuses du type co-malaxeur telles que par exemple les extrudeuses commercialisées par la société BUSS, les extrudeuses du type bi-vis co-rotatives interpénétrées ou non interpénétrées telles que commercialisées par exemple par la société WERNER & PFLEIDERER, les extrudeuses du type bi-vis contrarotatives interpénétrées ou non interpénétrées et les extrudeuses du type multi-vis. On utilise de préférence une extrudeuse du type co-malaxeur ou du type bi-vis co-rotatives interpénétrées.

Selon un autre aspect de la présente invention, on propose également une extrudeuse qui comprend un

ou plusieurs dispositifs d'injection qui permettent d'introduire simultanément ou séparément un ou plusieurs composés chimiques dans le flux de matériau à extruder.

L'extrudeuse peut également contenir, de préférence après la zone (IV), une zone de dégazage afin d'éliminer les quantités excessives de composés chimiques n'ayant pas réagi et éventuellement les sous-produits générés lors de l'extrusion.

Le dispositif d'injection est, de préférence, disposé perpendiculairement au fourreau de l'extrudeuse via un orifice de manière que la buse d'injection du dispositif d'injection débouche tangentiellement au filet de la vis d'extrusion. Cette disposition avantageuse permet un auto-nettoyage de la buse d'injection.

Avantageusement, le dispositif d'injection est disposé en amont de la zone où le matériau à extruder est fondu pour éviter les risques de bouchage de la buse d'injection. En effet, lorsque le dispositif d'injection est installé dans cette zone, du matériau à extruder fondu risque de s'introduire dans la buse d'injection et de boucher cette dernière. Ce risque peut être minimisé soit en plaçant le dispositif d'injection en amont de cette zone soit en injectant en continu un fluide dans l'extrudeuse.

Dans le cas où aucun composé réactif n'est requis, on peut, pour éviter le bouchage de la buse d'injection, injecter en continu un produit inerte dans l'extrudeuse via le dispositif d'injection, de façon à maintenir la buse d'injection dégagée.

Une telle extrudeuse est particulièrement intéressante pour la compatibilisation de polymères et leur modification. Elle convient par exemple bien pour la modification chimique des polyoléfines et en particulier du polypropylène.

Selon un autre aspect de la présente invention, on propose également un procédé d'extrusion d'un matériau polymérique au moyen de l'extrudeuse décrite ci-avant, dans lequel on effectue les étapes suivantes :

- introduire un matériau polymérique dans l'extrudeuse,
- injecter un composé chimique dans le corps muni du premier canal,
- injecter un fluide dans le deuxième canal,
- mélanger ledit composé chimique et ledit fluide dans la chambre de mélange,
- introduire le mélange ainsi obtenu à l'intérieur de ladite extrudeuse, et
- extruder ledit matériau polymérique ensemble avec ledit mélange.

Selon encore un autre aspect de la présente invention, on propose également un procédé de modification d'un matériau polymérique par extrusion réactive au moyen de l'extrudeuse décrite ci-avant dans lequel on effectue les étapes suivantes :

- introduire un matériau polymérique dans l'extrudeuse,

- injecter un composé chimique dans le corps muni du premier canal,
- injecter un fluide dans le deuxième canal,
- mélanger ledit composé chimique et ledit fluide dans la chambre de mélange,
- introduire le mélange ainsi obtenu à l'intérieur de ladite extrudeuse, et
- extruder ledit matériau polymérique ensemble avec ledit mélange dans des conditions permettant une réaction entre ledit composé chimique et ledit matériau polymérique.

Le mélange dudit composé chimique et dudit fluide est, de préférence, injecté perpendiculairement au fourreau de l'extrudeuse et tangentielllement au filet de la vis via un orifice pratiqué dans le fourreau de l'extrudeuse de manière que la buse d'injection du dispositif d'injection débouche tangentielllement au filet de la vis d'extrusion. Cette disposition avantageuse permet un auto-nettoyage de la buse d'injection.

Le matériau polymérique peut comprendre un mélange de plusieurs polymères ou un mélange de polymères, d'oligomères et/ou de monomères.

Un tel procédé d'extrusion est particulièrement intéressant pour l'extrusion de polymères tel que décrit par exemple dans la demande de brevet européen EP 0 601 635.

Selon un autre aspect de la présente invention, on propose également un procédé de synthèse en extrudeuse d'un matériau polymérique au moyen d'une extrudeuse telle que décrite ci-avant dans lequel on effectue les étapes suivantes :

- introduire un matériau à polymériser dans l'extrudeuse,
- injecter un amorceur chimique dans le corps muni du premier canal,
- injecter un fluide dans le deuxième canal,
- mélanger ledit amorceur chimique et ledit fluide dans la chambre de mélange,
- introduire le mélange ainsi obtenu à l'intérieur de ladite extrudeuse, et
- polymériser ledit matériau à polymériser dans des conditions permettant une réaction entre ledit amorceur chimique et ledit matériau à polymériser et
- extruder ledit matériau polymérique ainsi forme.

Un tel procédé de polymérisation est particulièrement intéressant pour la fabrication de poly- ϵ -caprolactones par polymérisation continue de ϵ -caprolactones en masse fondue dans une extrudeuse à l'intervention d'alkoxydes d'aluminium et tout particulièrement d'alkoxydes d'aluminium liquides.

Un mode de réalisation avantageux du dispositif d'injection est décrit plus en détail à titre d'illustration en relation avec les figures dans lesquelles :

la Fig. 1 représente une vue en coupe du premier

canal du dispositif d'injection

la Fig. 2 représente une coupe selon A-B de la Fig. 1,

la Fig. 3 représente une vue en coupe du corps allongé du dispositif d'injection,

la Fig. 4 représente une vue en coupe du dispositif de fixation.

La Fig. 1 représente une tige creuse 12 comprenant un premier canal 10 dans lequel circule le composé chimique. A une extrémité, la tige 12 comporte un orifice de sortie 14. A l'autre extrémité opposée à l'orifice 14 est montée une bague de positionnement 19 qui permet de positionner la tige 12 à l'intérieur du deuxième canal représenté à la Fig. 3.

La Fig. 2 montre une coupe selon la ligne A-B de la Fig. 1 à travers une bague de centrage 16 montée sur la tige à proximité de l'orifice 14. Cette bague de centrage 16 permet de positionner avec précision l'extrémité libre de la tige 12 à l'intérieur du deuxième canal. Sur le pourtour extérieur de la bague de centrage 16, on voit des rainures 18 longitudinales qui permettent la circulation d'un fluide à l'extérieur de la tige 12. La lumière de la tige creuse 12 est désignée par la référence 20.

La Fig. 3 représente une vue en coupe du corps allongé du dispositif d'injection.

Le corps allongé 22 comprend, parallèlement à son axe longitudinal, un deuxième canal 26 et à l'une de ses extrémités, une buse d'injection 24 pour l'injection du composé chimique dans une extrudeuse (non représentée). Le corps allongé 22 du dispositif d'injection est monté de préférence perpendiculairement au sommet des filets des vis d'une extrudeuse p.ex d'une extrudeuse du type bi-vis co-rotatives interpénétrées. Le corps allongé 22 comprend une série de sections cylindriques et tronconiques dont une est munie d'un filet 28. Le pas de vis du filet 28 correspond à celui d'un orifice aménagé dans le fourreau de l'extrudeuse destiné à recevoir le dispositif d'injection. Pour faciliter le montage du corps allongé 22, cet orifice est de préférence l'un de ceux destinés conventionnellement à recevoir une jauge de pression connue, par exemple du type DYNISCO®.

Le corps allongé 22 comprend un orifice 30 pratiqué dans la paroi latérale du corps allongé 22 qui débouche dans le canal 26. Cet orifice 30 permet d'introduire un gaz inerte dans le canal 26.

La tige 12 peut être introduite à l'intérieur du canal 26 du corps allongé 22 par l'extrémité opposée à la buse d'injection 24. Entre l'orifice de sortie 14 de la tige 12 et la buse d'injection 24 du corps allongé 22 est aménagée une chambre de mélange dans laquelle le composé chimique issu de la tige 12 et le gaz inerte introduit dans le deuxième canal 26 via l'orifice 30 sont mélangés intimement avant d'être injectés via la buse d'injection 24 dans le matériau à extruder progressant dans l'extrudeuse.

Le corps allongé 22 comporte à l'extrémité opposée à la buse d'injection 24 un filet mâle 32 correspon-

dant au filet femelle 34 de la bague de fixation 36 représentée à la Fig. 4. Cette bague 36 assure la fixation du corps allongé 22 et de la tige creuse 12. Cette bague 36 peut être par exemple un écrou moleté dont le

Le corps allongé 22 comprend également un siège 40 pour un joint p.ex. un joint torique qui assure l'étanchéité du corps allongé 22 par rapport à la bague de positionnement 19 de la tige 12.

L'introduction, de manière étanche, du composé chimique dans la tige 12 est assurée par un dispositif d'amenée (non représenté) dont l'extrémité filetée correspond au filet femelle 38 de l'extrémité de la tige 12.

Le corps allongé 22 du dispositif d'injection est disposé de préférence perpendiculairement au fourreau de l'extrudeuse, de manière que la buse d'injection 24 débouche, via un orifice pratiqué dans ce fourreau, tangentielllement au filet de la ou des vis d'extrusion. Cette disposition est avantageuse parce qu'elle permet un auto-nettoyage de la buse de pulvérisation.

Par ailleurs, le corps allongé 22 est disposé de préférence à un endroit de l'extrudeuse situé en amont de la zone où le matériau à extruder est fondu pour éviter les risques de bouchage de la buse.

La bague de fixation 36 du corps allongé 22 et de la tige 12 ne doit pas nécessairement être une bague mais peut être n'importe quel moyen permettant d'assurer le maintien de ces éléments l'un dans l'autre, de préférence de manière amovible, pour pouvoir inspecter, entretenir ou réparer le dispositif d'injection ou encore en remplacer des éléments.

Revendications

1. Dispositif d'injection d'un composé chimique dans une extrudeuse comprenant :

- un corps muni d'un premier canal,
- un orifice de sortie aménagé à une extrémité du premier canal,

caractérisé par un deuxième canal qui est muni d'une buse d'injection et d'une chambre de mélange située en amont de ladite buse d'injection, dans laquelle débouche ledit premier canal.

2. Dispositif d'injection selon la revendication 1, caractérisé par

- un corps allongé dans lequel est aménagé, parallèlement à son axe longitudinal, ledit deuxième canal,
- une buse d'injection aménagée à une extrémité dudit deuxième canal,
- un corps muni d'un premier canal en forme de tige creuse qui peut être introduit à l'intérieur dudit deuxième canal par l'extrémité opposée à ladite buse d'injection,
- un orifice de sortie à une extrémité de la tige,

- une bague de positionnement fixée à l'extrémité de la tige opposée audit orifice de sortie, permettant de positionner axialement la tige à l'intérieur du deuxième canal de façon à maintenir un espacement radial entre la tige et le deuxième canal, et
- un moyen de fixation du corps allongé et de la tige.

3. Dispositif d'injection selon la revendication 2, caractérisé par un orifice aménagé, de préférence latéralement, dans ledit deuxième canal permettant de raccorder ledit deuxième canal à un conduit d'alimentation pour introduire un fluide dans l'espacement entre ledit deuxième canal et la tige.

4. Dispositif d'injection selon la revendication 2 ou 3, caractérisé en ce que la tige comprend un dispositif de centrage, aménagé près de l'extrémité portant l'orifice de sortie, permettant le centrage précis de la tige à l'intérieur dudit deuxième canal.

5. Extrudeuse comprenant une zone d'alimentation, une zone de compression et une zone d'évacuation, équipée d'un dispositif d'injection selon l'une des revendications 1 à 4.

6. Extrudeuse selon la revendication 5, comprenant une vis d'extrusion et un fourreau, dans laquelle le dispositif d'injection est disposé perpendiculairement au fourreau de l'extrudeuse de manière que la buse d'injection du dispositif d'injection débouche tangentielllement au filet de la vis d'extrusion.

7. Extrudeuse selon la revendication 5 ou 6, dans laquelle le dispositif d'injection est disposé en amont de la zone où le matériau à extruder est fondu.

8. Procédé d'extrusion d'un matériau polymérique au moyen d'une extrudeuse selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, dans lequel on effectue les étapes suivantes

- introduire un matériau polymérique dans l'extrudeuse,
- injecter un composé chimique dans le corps muni du premier canal,
- injecter un fluide dans le deuxième canal,
- mélanger ledit composé chimique et ledit fluide dans la chambre de mélange,
- introduire le mélange ainsi obtenu à l'intérieur de ladite extrudeuse, et
- extruder ledit matériau polymérique ensemble avec ledit mélange.

9. Procédé de modification d'un matériau polymérique par extrusion réactive au moyen d'une extrudeuse selon l'une quelconque des revendications 5

à 7, dans lequel on effectue les étapes suivantes :

- introduire un matériau polymérique dans l'extrudeuse,
- injecter un composé chimique dans le corps muni du premier canal, 5
- injecter un fluide dans le deuxième canal,
- mélanger ledit composé chimique et ledit fluide dans la chambre de mélange,
- introduire le mélange ainsi obtenu à l'intérieur de ladite extrudeuse, et 10
- extruder ledit matériau polymérique ensemble avec ledit mélange dans des conditions permettant une réaction entre ledit composé chimique et ledit matériau polymérique. 15

10. Procédé de synthèse en extrudeuse d'un matériau polymérique au moyen d'une extrudeuse selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, dans lequel on effectue les étapes suivantes : 20

- introduire un matériau à polymériser dans l'extrudeuse,
- injecter un amorceur chimique dans le corps muni d'un premier canal, 25
- injecter un fluide dans le deuxième canal,
- mélanger ledit amorceur chimique et ledit fluide dans la chambre de mélange,
- introduire le mélange ainsi obtenu à l'intérieur de ladite extrudeuse, et 30
- polymériser ledit matériau à polymériser dans des conditions permettant une réaction entre ledit composé chimique et ledit matériau à polymériser et extruder ledit matériau polymérique ainsi formé. 35

40

45

50

55

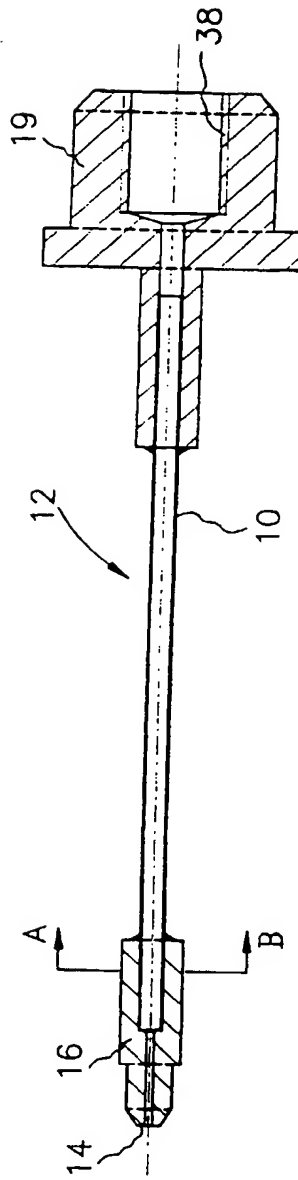


Fig. 1

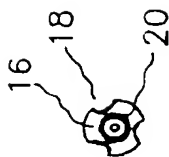


Fig. 2

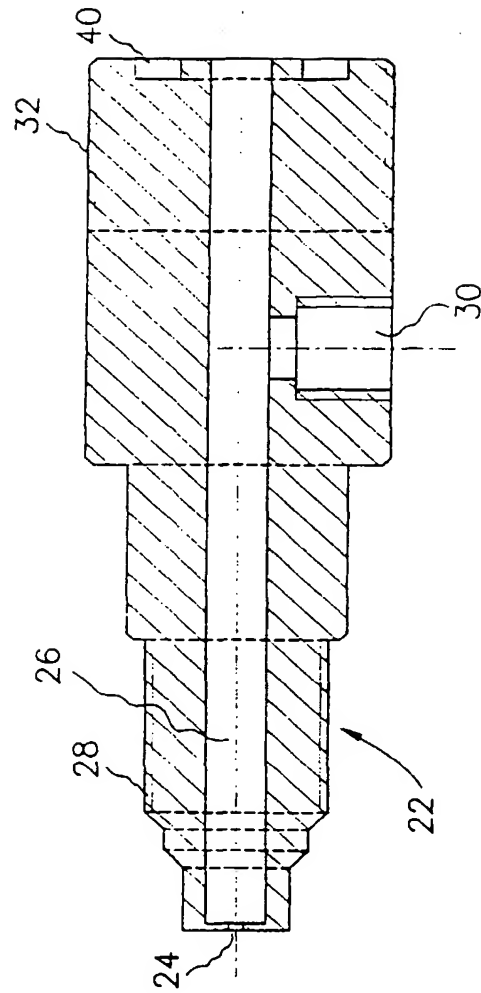


Fig.3

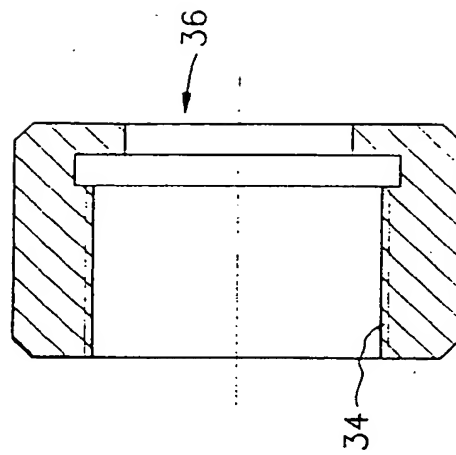


Fig. 4



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 97 20 0783

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
Y	EP 0 095 287 A (BOSTIK LTD ;USM CORP (US); BOSTIK GMBH (DE)) 30 Novembre 1983 * abrégé * * page 10, ligne 30 - page 11, ligne 36 * * figure 1 *	1-10	B29C47/10
Y	US 3 461 498 A (RAMAIKA LAWRENCE T) 19 Août 1969 * le document en entier *	1-10	
A	DE 32 35 145 A (WEBER JOHANNES DR ING) 29 Mars 1984 * figure 1 *	5-7	
A	DE 15 54 773 A (MONSANTO COMPANY) 3 Juillet 1969 * revendications * * figures 1,2 *	5-10	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
			B29C B29B B01B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 6 Juin 1997	Examineur Jensen, K
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 (3.12.92) (P4C02)

